

## METHOD FOR PRODUCING TITANIUM DIOXIDE PIGMENT TREATED WITH ORGANIC COMPOUND

10/507172

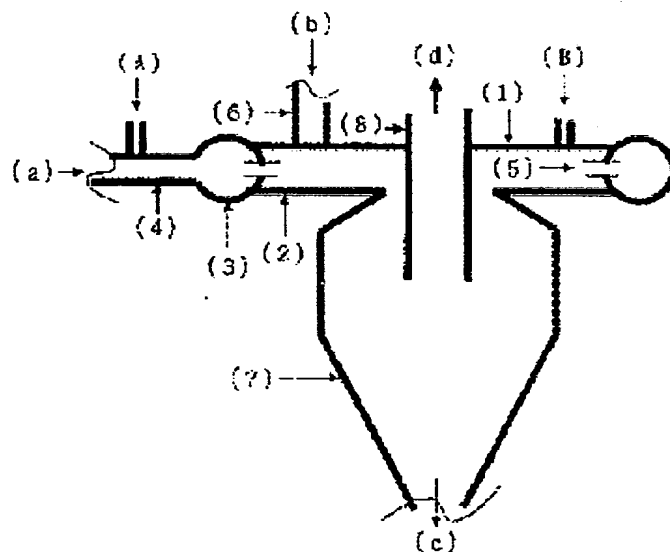
Patent number: JP2001106939  
Publication date: 2001-04-17  
Inventor: FUJII TSUTOMU; ITO TOSHIHIRO  
Applicant: ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD  
Classification:  
- International: C09C3/08; C09C1/36; C09C3/12  
- european:  
Application number: JP19990283129 19991004  
Priority number(s):

Also published as:

JP2001106939 (A)

## Abstract of JP2001106939

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing both industrially and economically advantageous way a titanium dioxide pigment of high dispersibility by treating titanium dioxide particle surface with an organic compound as dispersant.  
**SOLUTION:** This method for producing a titanium dioxide pigment comprises the following process: a liquid organic compound is mixed with a heated gas serving as a grinding medium, the mixture is then fed into a gas-flow type grinder, where titanium dioxide particles are ground by the action of the mixture while treating the particle surface with the organic compound.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-106939

(P2001-106939A)

(43) 公開日 平成13年4月17日 (2001.4.17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード (参考)
C 0 9 C	3/08	C 0 9 C	4 J 0 3 7
	1/36		
	3/12		

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 5 頁)

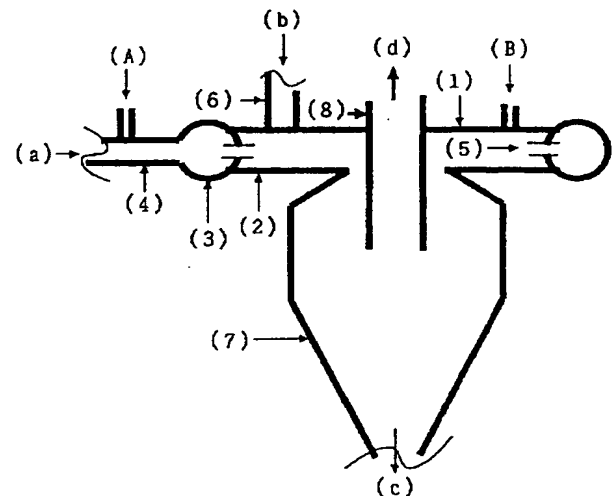
(21) 出願番号	特願平11-283129	(71) 出願人	000000354 石原産業株式会社 大阪府大阪市西区江戸堀一丁目3番15号
(22) 出願日	平成11年10月4日 (1999.10.4)	(72) 発明者	藤井 力 三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社四日市事業所内
		(72) 発明者	伊藤 利浩 三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社四日市事業所内
		Fターム (参考)	4J037 AA22 CB04 CB09 CB16 CB23 EE03 EE29 EE44 FF15

(54) 【発明の名称】 有機化合物処理二酸化チタン顔料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】二酸化チタン粒子表面を有機化合物の分散剤で処理し、分散性に優れた二酸化チタン顔料を工業的、経済的に有利に製造する方法を提供する。

【解決手段】液状の有機化合物と、加熱した粉碎媒体となる気体とを混合して気流式粉碎機に供給し、二酸化チタン粒子を粉碎しながらその粒子表面を有機化合物で処理し、有機化合物処理二酸化チタン顔料を製造する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】気流式粉碎機に二酸化チタン粗顔料と加熱した粉碎媒気体とを供給して二酸化チタン粗顔料を粉碎する方法において、予め該粉碎媒気体に液状の有機化合物を添加混合して混合気体とした後、該粉碎機に供給して二酸化チタン粗顔料を粉碎しながら該顔料粒子表面を該有機化合物で被覆処理することを特徴とする二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項2】液状の有機化合物が有機化合物溶液あることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項3】液状の有機化合物が有機化合物分散液あることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項4】有機化合物溶液が水溶液であることを特徴とする請求項2記載の製造方法。

【請求項5】有機化合物分散液が水分散液であることを特徴とする請求項3記載の製造方法。

【請求項6】気流式粉碎機が旋回型であることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項7】粉碎媒体となる気体を粉碎機に供給する配管内に液状の有機化合物を添加し、配管内で該有機化合物を気化、または霧化させることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項8】粉碎媒体となる気体が乾燥空気、または乾燥スチームであることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項9】有機化合物が多価アルコールである請求項1、2又は3記載の製造方法。

【請求項10】有機化合物がアルカノールアミン、またはその誘導体、またはそれらの混合物である請求項1、2又は3記載の製造方法。

【請求項11】有機化合物が有機シリコン系化合物である請求項1、2又は3記載の製造方法。

【請求項12】有機化合物が高級脂肪酸である請求項1、2又は3記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【本発明の属する技術分野】本発明は二酸化チタン顔料に優れた分散性を付与するため、有機化合物を工業的、経済的に二酸化チタン顔料に処理する技術に関する。

【0002】

【従来の技術】二酸化チタン顔料は白色度に優れ、隠ぺい性、着色力が高いので、白色顔料として塗料、インキ、プラスチックなどの分野で広く使用されているが、近年製造工程の省力化や、製品の高外観化のため、分散性の優れた二酸化チタン顔料が求められている。二酸化チタン顔料に優れた分散性を付与する手段として二酸化チタン粒子表面を有機化合物の分散剤、または分散助剤で処理する技術が一般的に知られている。

【0003】有機化合物を処理した二酸化チタン顔料を

製造する方法として、湿式で処理する方法、乾式で混合、処理する方法など各種が知られているが、湿式法では有機化合物が二酸化チタンに強く吸着、または固着する必要がある、使用できる有機化合物種が大きく限定される。

【0004】乾式法では上記のような問題が少なく、二酸化チタン顔料の仕上粉碎として乾式粉碎する際に有機化合物を粉碎機に添加すれば連続的に製造でき、さらに気流式粉碎機を用いれば、粉碎効率が優れているばかりでなく、混合性が良好なので二酸化チタン顔料を仕上粉碎すると同時にその粒子表面に有機化合物を均一に処理することができる。

【0005】乾式法で処理する場合、有機化合物が固体であれば二酸化チタンと均一に混合するには予め粉碎、整粒しておく必要がある、水やアルコールなどの溶媒で溶解しておくことが一般的に行われている。また、有機化合物が液体であっても、二酸化チタンに処理する有機化合物の処理量は、二酸化チタン顔料に対して通常約1%以下と比較的微量であるので、高濃度の原液で添加すると添加速度の調整や、二酸化チタン顔料への歩留まり量の調節が困難であるので、溶媒で希釈しておくことも一般的である。

【0006】上記の添加方法では溶媒を最終的に除去する必要があるが、気流式粉碎機では粉碎機内部の温度を上げて有機化合物溶液を粉碎機内で気化、または霧化させているので、この熱によって溶媒を蒸発させ、除去することが可能となる。しかし、この方法では有機化合物溶液が粉碎機内に添加されると同時に急激に膨張するため、添加口近辺の材質を著しく磨耗させ、粉碎機の耐久性を損ねるばかりでなく、磨耗物が混入し製品を汚染する。また、粉碎機内で乱流が発生するので、製品を粉碎機からサイクロンなどの集塵機を用いて回収する際に、排気系から飛散する二酸化チタン顔料の量が多く収率が下がってしまう。収率の低下を防止するために粉碎媒気体の供給量を減らすこともできるが、粉碎効率が低下する。液体の有機化合物を原液で添加する場合でも、二酸化チタンに処理するには気流式粉碎機内部を加温して気化、または霧化させるので同様の問題が生じる。

【0007】

【発明が解決しようとする問題点】本発明では以上に述べた従来技術の問題点を克服し、分散性に優れた二酸化チタン顔料を工業的、経済的に有利に製造する方法を提供するためになされたものである。

【0008】本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、液体の有機化合物、液体または固体の有機化合物を溶解または希釈した溶液、及びにそれらの分散液を予め気化、または霧化させた状態で加熱した粉碎媒気体と混合し、気流式粉碎機に供給すれば、粉碎機を磨耗させることなく、また十分な量の粉碎媒気体を供給しても収率を下げることなく、分散性が優れた有機化合物処理の二酸化チ

タン顔料を製造できるとの知見に基づき本発明を完成した。

【0009】すなわち、気流式粉碎機に二酸化チタン粗顔料と加熱した粉碎媒気体とを供給して二酸化チタン粗顔料を粉碎する方法において、予め該粉碎媒気体に液状の有機化合物を添加混合して混合気体とした後、該粉碎機に供給して二酸化チタン粗顔料を粉碎しながら該顔料粒子表面を該有機化合物で被覆処理することを特徴とする二酸化チタン顔料の製造方法である。

#### 【発明実施の形態】

【0010】本発明では、液状の有機化合物を加熱した粉碎媒気体と接触させ、気化、または霧化し、粉碎媒気体との混合気体として気流式粉碎機に供給し、二酸化チタンを粉碎しながらその粒子表面に有機化合物を処理する。このようにして液状の有機化合物を予め気化、または霧化した状態で粉碎機に供給すると、前記の粉碎機の磨耗や、粉碎機内で乱流の発生による収率の低下といった問題が生じ難い。液状の有機化合物はスプレーなどで微細化して供給してもよいが、粉碎媒気体が粉碎機供給用の配管内で高い流速を与えられているなら、液状の有機化合物を該配管内に添加するだけで十分に気化または霧化される。

【0011】本発明で用いる液状の有機化合物には特に制限は無く、液体のものの原液、液体または固体のものを溶解または希釈した溶液、及びこれらの分散液などいずれの形態でも良い。溶解、または希釈に用いる溶媒は水、またはアルコールなどの有機溶剤のいずれでもよいが、有機化合物が水に容易に溶解するものであれば、作業性や安全性の点で水が望ましい。また、分散液に用いる分散媒も特に制限は無いが、同様の理由で水が望ましい。疎水性を有する有機化合物はアルコールなどの水との相溶性を有する有機溶媒を少量加えて水溶液とすることもでき、少量の分散剤を用いるなどして水分散液として用いることもできる。有機化合物溶液、または分散液の濃度は添加作業が効率よく行える粘度になるように適宜調節する。

【0012】有機化合物種としてはトリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールなどの多価アルコールや、トリエタノールアミンなどのアルカノールアミン、またはその誘導体、またはそれらの混合物や、シロキサン、シランカップリング剤などの有機シリコン系化合物、ステアリン酸などの高級脂肪酸など一般的に酸化チタン顔料に適用されるものであれば特に制限は無い。また、2種以上の有機化合物を混合液として用いることもできる。

【0013】本発明で用いる気流式粉碎機に特に制限はないが、ジェットミル（ホソカワミクロン（株）製）のような巡回型が粉碎効率が良く、二酸化チタンと有機化合物との混合性も良いので特に好ましい。また、粉碎媒気体は経済性の点で乾燥空気や乾燥スチームが好まし

い。本発明では有機化合物が粉碎機への添加前に十分に気化、または霧化していることが必要なので、粉碎媒気体と有機化合物の融点、または溶媒、または分散媒の沸点より少なくとも高い温度に加熱しなければならない。粉碎媒気体の加熱温度は用いる有機化合物種や、溶媒種、分散媒種によって異なるが、例えば有機化合物水溶液や水分散液の場合、120～300℃が好ましく、さらに好ましくは120～200℃である。

【0014】本発明で有機化合物を処理される二酸化チタンは、ルチル型結晶構造を有するものであっても、アナターゼ型の結晶構造を有するものであっても、それらの混合物のいずれでもよい。また、硫酸法と呼ばれる硫酸チタンを液相で加水分解、焼成する方法で得られたものや、塩素法と呼ばれる四塩化チタンを気相酸化する方法で得られたものや、それらの混合物であっても良い。さらには、有機化合物を処理する前にアルミニウム、ケイ素、チタニウム、ジルコニウムなどの無機物の酸化物、または含水酸化物で被覆されていても良い。

#### 【0015】

【実施例】次に実施例によって本発明をさらに説明するが、これらは本発明を限定するものではない。

#### 実施例1

図1及び図2に示す巡回型気流式粉碎機を用い、粉碎媒気体としての高圧乾燥スチーム（a）を約300℃に加熱して粉碎機の粉碎媒気体供給用配管（4）に供給し、該粉碎媒気体供給用配管（4）に設けた有機化合物溶液供給口（A）よりトリメチロールエタン水溶液を添加し、二酸化チタン・CR-60（石原産業（株）製塩素法小粒子径アルミナ処理品）を粉碎しながら、トリメチロールエタンをその粒子表面に処理して試料を調製した。

#### 【0016】実施例2

二酸化チタンとしてCR-50（石原産業（株）製塩素法中粒子径アルミナ処理品）を用いた以外、実施例1と同様の方法で試料を調製した。

#### 【0017】実施例3

二酸化チタンとしてCR-58（石原産業（株）製塩素法大粒子径アルミナ処理品）を用いた以外、実施例1と同様の方法で試料を調製した。

#### 【0018】実施例4

二酸化チタンとしてCR-93（石原産業（株）製塩素法大粒子径アルミナ／シリカ処理品）を用いた以外、実施例1と同様の方法で試料を調製した。

#### 【0019】比較例1

粉碎機上部プレート（1）に設けた有機化合物溶液供給口（B）よりトリメチロールエタン水溶液を添加した以外、実施例1と同様の方法で試料を調製した。

#### 【0020】比較例2

二酸化チタンとしてCR-50を用いた以外、比較例1と同様の方法で試料を調製した。

【0021】比較例3

二酸化チタンとしてCR-58を用いた以外、比較例1と同様の方法で試料を調製した。

【0022】比較例4

二酸化チタンとしてCR-93を用いた以外、比較例1と同様の方法で試料を調製した。

【0023】評価1

実施例1～4、及び比較例1～4で得られた試料に固定された有機化合物の量を、高周波燃焼式有機物分析器（HORIBA（株）製）を用いて炭素（C）の含有量として測定した。

【0024】評価2

実施例1～4、及び比較例1～4で得られた試料の収率を下式で求めた。収率（％）＝（試料の総回収量÷粉砕

前二酸化チタンの総供給量）×100

【0025】評価3

実施例1～4に示した方法を約1年間実施したが、粉砕機の上部プレート（1）には磨耗は認められなかった。しかし、比較例1～4に示す方法で同様にしたところ、粉砕機の上部プレート（1）の、特に有機化合物溶液供給口（B）近辺が著しく磨耗していた。これらの実施例1～4及び比較例1～4に示した方法を実施した場合の粉砕機の上部プレート（1）の摩耗度について、磨耗が認められなかったものを○、著しく磨耗していたものを×と評価した。

【0026】評価1～3の結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

	有機化合物固定量 (C%)	収率 (%)	摩耗度
実施例 1	0.16～0.20 (平均0.18)	85.5	○
実施例 2	0.19～0.22 (同上0.21)	83.0	○
実施例 3	0.19～0.21 (同上0.20)	82.0	○
実施例 4	0.14～0.17 (同上0.16)	81.1	○
比較例 1	0.18～0.20 (同上0.19)	83.1	×
比較例 2	0.19～0.21 (同上0.21)	82.0	×
比較例 3	0.17～0.21 (同上0.20)	79.9	×
比較例 4	0.13～0.17 (同上0.16)	79.9	×

【0028】

【発明の効果】本発明の製造方法では、液状の有機化合物を加熱した粉砕媒気体と接触させ、これと混合することで、予め気化、または霧化した状態で有機化合物溶液、または分散液が気流式粉砕機に供給されるので、粉砕機内で乱流の発生を抑制することができるため、粉砕機の材質を磨耗させることなく、工業的、経済的に有利に分散性の優れた有機化合物処理二酸化チタン顔料を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

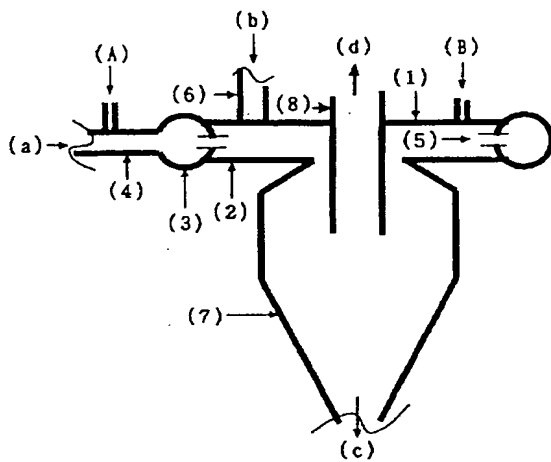
【図1】図1は本発明に用いる旋回式気流粉砕機の側面図を示す。

【図2】図2は本発明に用いる旋回式気流粉砕機の上部の平面図を示す。

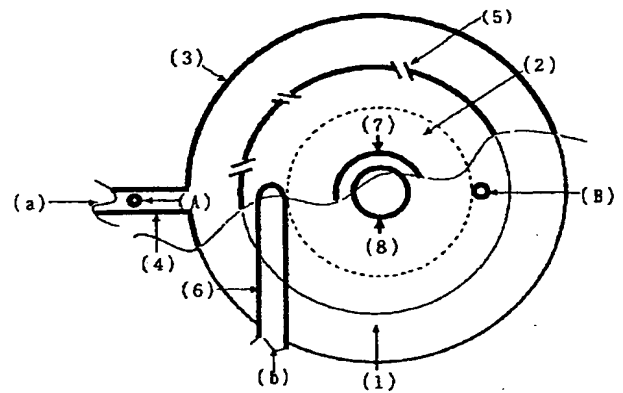
【符号の説明】

- (1) 上部プレート
- (2) 下部プレート
- (3) 粉砕媒気体供給リング
- (4) 粉砕媒気体供給用配管
- (5) 粉砕媒気体供給口
- (6) 二酸化チタン供給用配管
- (7) 集塵機
- (8) 排気ダクト
- (A) 実施例1～4で用いた有機化合物溶液供給口
- (B) 比較例1～4で用いた有機化合物溶液供給口
- (a) 粉砕媒気体（乾燥スチーム）
- (b) 二酸化チタン（粉砕前）
- (c) 有機化合物処理二酸化チタン顔料（製品）
- (d) 排気ガス

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成12年12月7日(2000.12.7)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項2

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項2】液状の有機化合物が有機化合物溶液であることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項3】液状の有機化合物が有機化合物分散液であることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正内容】

【0013】本発明で用いる気流式粉碎機に特に制限はないが、ジェットミルのような旋回型が粉碎効率が良く、二酸化チタンと有機化合物との混合性も良いので特に好ましい。また、粉碎媒気体は経済性の点で乾燥空気や乾燥スチームが好ましい。本発明では有機化合物が粉碎機への添加前に十分に気化、または霧化していることが必要なので、粉碎媒気体を有機化合物の融点、または溶媒、または分散媒の沸点より少なくとも高い温度に加熱しなければならない。粉碎媒気体の加熱温度は用いる有機化合物種や、溶媒種、分散媒種によって異なるが、例えば有機化合物水溶液や水分散液の場合、120～300℃が好ましく、さらに好ましくは120～200℃である。